

20. 7. 2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 7月18日  
Date of Application:

REC'D 10 SEP 2004

WIPO

PCT

出願番号 特願2003-276373  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP 2003-276373]

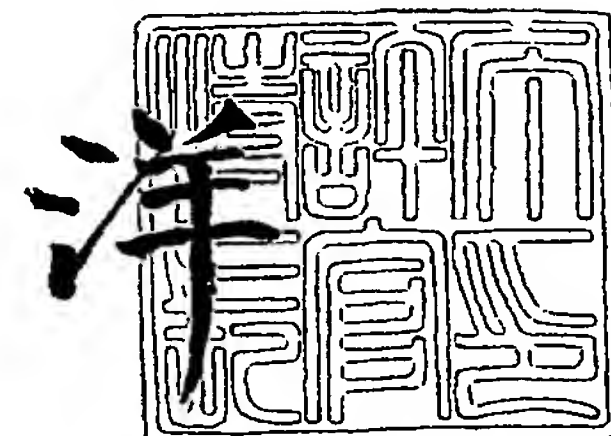
出願人 日本エクスラン工業株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1 (a) OR (b)

2004年 8月26日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3076413

【書類名】 特許願  
【整理番号】 PEX09588  
【提出日】 平成15年 7月18日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 D06M 13/342  
【発明者】  
    【住所又は居所】 岡山県岡山市金岡東町 3 - 1 - 9  
    【氏名】 家野 正雄  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000004053  
    【氏名又は名称】 日本エクスラン工業株式会社  
    【代表者】 柴本 豊造  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 016609  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1

## 【書類名】 特許請求の範囲

## 【請求項 1】

アミノ酸含有物質が酸性基含有繊維の酸性基にイオン結合したものであることを特徴とするアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【請求項 2】

酸性基含有繊維がカルボキシル基を有していることを特徴とする請求項 1 に記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【請求項 3】

酸性基含有繊維が架橋構造を有していることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【請求項 4】

酸性基含有繊維が 2 0℃×6 5% R H 条件で 2 0 重量%以上の飽和吸湿率を有するものであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

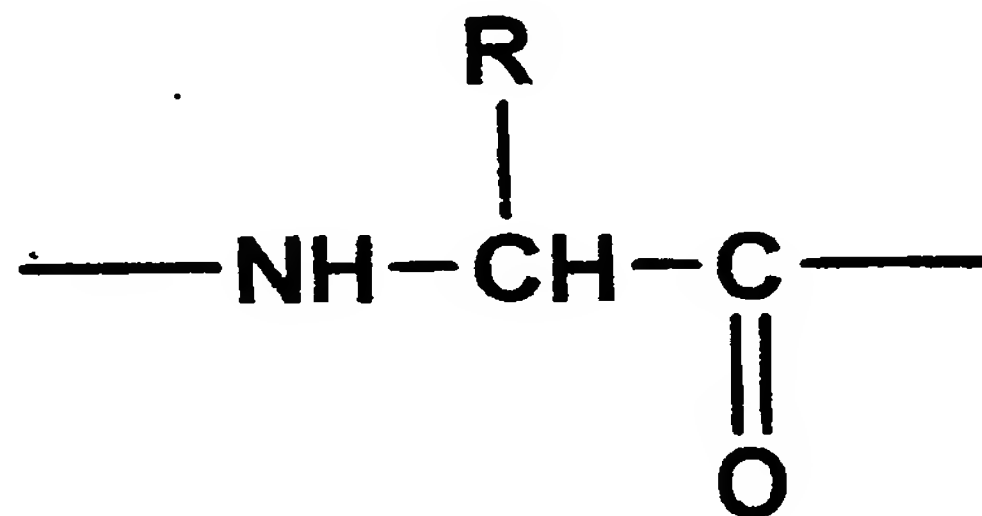
## 【請求項 5】

酸性基含有繊維が、アクリロニトリル系繊維にヒドラジン系化合物による架橋導入処理およびアルカリ金属塩による加水分解処理を施してなるアクリル酸系吸放湿性繊維であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【請求項 6】

アミノ酸含有物質が分子内に下記化 1 で示す構造を有していることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【化 1】



(Rは少なくとも 1 個以上のアミノ基を有する基を表す。)

## 【請求項 7】

酸性基含有繊維を、アミノ酸含有物質溶液にて 1 0～8 0℃で含浸処理し、4 0～1 0 0℃で乾燥させることを特徴とするアミノ酸含有物質結合繊維の製造方法。

## 【請求項 8】

請求項 1～6 のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維を含有する繊維構造物。

## 【請求項 9】

酸性基含有繊維を含有してなる繊維基材を、アミノ酸含有物質溶液にて 1 0～8 0℃で含浸処理し、4 0～1 0 0℃で乾燥させることを特徴とする繊維構造物の製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 アミノ酸含有物質結合繊維および繊維構造物並びにそれらの製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、アミノ酸含有物質結合繊維および繊維構造物並びにそれらの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

アルギニンなどのアミノ酸や蛋白質は、本来人間の体に備わっている天然保湿因子であり、スキンケア特性を有するものとして知られている。近年、この特性に注目してアミノ酸や蛋白質を付与した肌に優しい繊維製品の開発が進められており、例えば、カチオン系バインダーを介してアミノ酸を付与した繊維（例えば、特許文献1参照）や繊維構造物にアミノ酸水溶液を含浸した後、プラズマ処理でアミノ酸を架橋重合させることで固着させた繊維（例えば、特許文献2参照）などが開示されている。前者の場合には、バインダーを使用するため繊維が硬くなりやすい、あるいは、バインダー中にアミノ酸が埋没してしまうなどの問題を有している。また、後者の場合にも、繊維表面に皮膜が形成されているため繊維が硬くなりやすい、あるいは、製造工程が複雑であるなどの問題を有している。さらに、これらの繊維においてはアミノ酸の固着が強固であるため、肌へのアミノ酸の移行がほとんどなく、十分なスキンケア特性を発現できないという問題も有している。

【特許文献1】 特開 2002-13071号公報

【特許文献2】 特開平 5-295657号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

本発明は、かかる現状に基づきなされたものであり、酸性基を含有する繊維に肌にやさしいスキンケア特性機能を持つアミノ酸含有物質を付与し、角質層の水分保持機能を補い正常な皮膚を保つ効果を有する繊維および繊維構造物並びにそれらの製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明者は、上述の目的を達成するために鋭意検討を進めた結果、酸性基含有繊維の酸性基にアミノ酸含有物質をイオン結合させることによりアミノ酸含有物質が徐々に放出され、スキンケア特性に優れ、良好な風合いを有する繊維が得られることを見出し、本発明に到達した。

【0005】

即ち、本発明は以下の手段により達成される。

(1) アミノ酸含有物質が酸性基含有繊維の酸性基にイオン結合したものであることを特徴とするアミノ酸含有物質結合繊維。

(2) 酸性基含有繊維がカルボキシル基を有していることを特徴とする (1) に記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

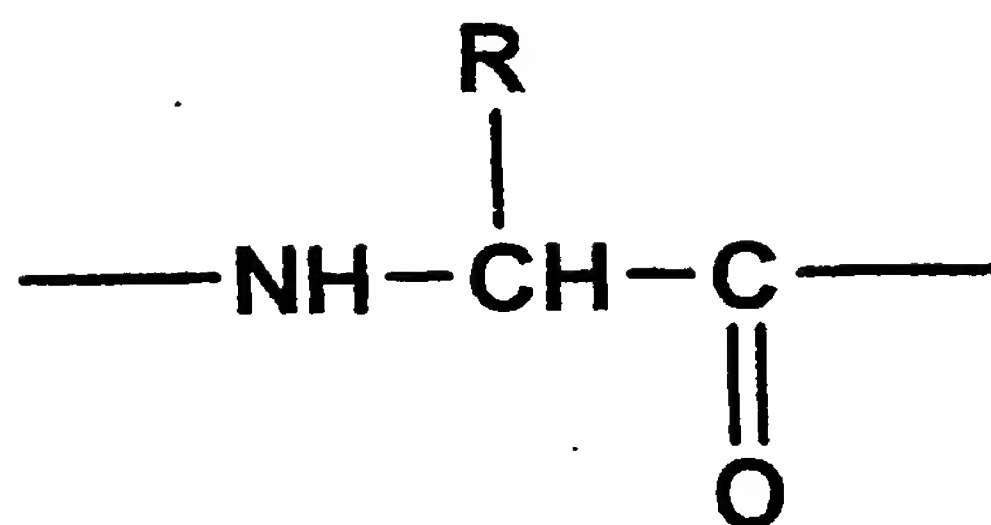
(3) 酸性基含有繊維が架橋構造を有していることを特徴とする (1) または (2) に記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

(4) 酸性基含有繊維が 20℃×65%RH 条件で 20 重量%以上の飽和吸湿率を有するものであることを特徴とする (1) ~ (3) のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

(5) 酸性基含有繊維が、アクリロニトリル系繊維にヒドラジン系化合物による架橋導入処理およびアルカリ金属塩による加水分解処理を施してなるアクリル酸系吸放湿性繊維であることを特徴とする (1) ~ (4) のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

(6) アミノ酸含有物質が分子内に下記化 2 で示す構造を有していることを特徴とする (1) ~ (5) のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維。

## 【化2】



(Rは少なくとも1個以上のアミノ基を有する基を表す。)

(7) 酸性基含有繊維を、アミノ酸含有物質溶液にて10～80℃で含浸処理し、40～100℃で乾燥させることを特徴とするアミノ酸含有物質結合繊維の製造方法。

(8) (1)～(6)のいずれかに記載のアミノ酸含有物質結合繊維を含有する繊維構造物。

(9) 酸性基含有繊維を含有してなる繊維基材を、アミノ酸含有物質溶液にて10～80℃で含浸処理し、40～100℃で乾燥させることを特徴とする繊維構造物の製造方法。

## 【発明の効果】

## 【0006】

本発明のアミノ酸含有物質結合繊維およびアミノ酸含有物質結合繊維を含有した繊維構造物は、酸性基含有繊維の酸性基にアミノ酸含有物質をイオン結合させることによりアミノ酸含有物質が徐々に放出されるという性質を付与せしめたものである。かかる性質を有する本発明のアミノ酸含有物質結合繊維および繊維構造物は、スキンケア特性に優れ、良好な風合いを有するものであり、例えば、肌着やTシャツなどの衣料品や自動車内装材等に利用することができるものである。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0007】

以下に本発明を詳細に説明する。本発明の酸性基含有繊維としては酸性基を有するものであれば特に制限はなく、例えば、綿、麻、絹、羊毛などの天然繊維やナイロン、レーヨン、ポリエステル、アクリル繊維などの合成繊維、あるいは、これらの繊維にグラフト重合や加水分解などの手段を用いて、酸性基含有量を高めた繊維などを使用することができる。

## 【0008】

本発明の酸性基含有繊維の酸性基としては、特に限定はないが、例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基やこれらの金属塩、および、アンモニウム塩などが挙げられる。なかでもカルボキシル基は繊維中に大量に導入できるので、アミノ酸含有物質を大量に付与でき、好ましい。

## 【0009】

また、酸性基の量についても、特に限定はなく、結合されるべきアミノ酸含有物質の量や、繊維物性などを考慮して適宜決定すればよい。一般的には繊維重量に対して1～10 mmol/gが好ましく、酸性基が多いほどアミノ酸含有物質を多くイオン結合でき、スキンケア特性も向上するが、逆に繊維引張強度は低下する傾向にある。

## 【0010】

本発明の酸性基含有繊維は、架橋構造を有することがより好ましい。架橋構造を有することで、繊維引張強度の低下を抑制しつつ、酸性基の量を増加させることが可能となるため、より多くのアミノ酸含有物質をイオン結合させることが可能となり、より良好な特性を発揮できるようになる。このような架橋構造としては、ニトリル基とヒドラジン系化合物



による架橋構造や、ポリアクリル酸と水酸基を持つ化合物との脱水縮合反応によるエステル架橋構造などが例示される。

#### 【0011】

さらに、本発明の酸性基含有繊維は、 $20^{\circ}\text{C} \times 65\% \text{RH}$ 条件で20重量%以上の飽和吸湿率を有することが好ましい。この場合、酸性基含有繊維の有する吸湿性とアミノ酸含有物質の有する保湿効果が相乗的に作用することにより、より優れたスキンケア特性を発揮することが可能となる。このような酸性基含有繊維としてはカネボウ（株）製ベルオアシスなどを例示することができる。なお、 $20^{\circ}\text{C} \times 65\% \text{RH}$ 条件での飽和吸湿率が20重量%未満の場合には相乗効果はあまり期待できなくなる。

#### 【0012】

上述してきた酸性基含有繊維の最も適した例として、アクリロニトリル系繊維にヒドラジン系化合物による架橋導入処理およびアルカリ金属塩による加水分解処理を施してなるアクリル酸系吸放湿性繊維が挙げられる。該繊維においても $20^{\circ}\text{C} \times 65\% \text{RH}$ 条件で20重量%以上の飽和吸湿率を有する場合には上述の相乗効果が得られ、優れたスキンケア特性を発揮できるのは勿論であるが、該繊維は吸放湿性に加えて、吸湿発熱性や抗菌性を有しているので、より有用なアミノ酸含有物質結合繊維とすることが可能である。

#### 【0013】

上記アクリル酸系吸放湿性繊維の原料繊維となるアクリロニトリル系繊維としてはアクリロニトリル（以下、ANともいう）を40重量%以上、好ましくは50重量%以上、より好ましくは80重量%以上含有するAN系重合体により形成された繊維を採用することができる。AN系重合体は、AN単独重合体、ANと他の単量体との共重合体のいずれでも良いが、AN以外の共重合成分としてはメタリルスルホン酸、p-スチレンスルホン酸等のスルホン酸基含有単量体及びその塩；スチレン、酢酸ビニル、（メタ）アクリル酸メチル等の単量体など、ANと共重合可能な単量体であれば特に限定されない。

#### 【0014】

アクリロニトリル系繊維は、ヒドラジン系化合物により架橋導入処理を施され、該アクリロニトリル系繊維の溶剤では最早溶解されないものとなるという意味で架橋が形成されて架橋アクリロニトリル系繊維となり、同時に結果として窒素含有量の増加が起きるが、その手段は特に限定されるものではない。この処理による窒素含有量の増加を1.0～10重量%に調整し得る手段が好ましいが、窒素含有量の増加が0.1～1.0重量%であっても、本発明繊維の特徴を充たす酸性基含有繊維が得られる手段である限り採用し得る。なお、窒素含有量の増加を1.0～10重量%に調整し得る手段としては、ヒドラジン系化合物の濃度5～60重量%の水溶液中、温度 $50 \sim 120^{\circ}\text{C}$ で5時間以内で処理する手段が工業的に好ましい。尚、窒素含有量の増加を低率に抑えるには、反応工学の教える処に従い、これらの条件をよりマイルドな方向にすればよい。ここで、窒素含有量の増加とは原料アクリロニトリル系繊維の窒素含有量とヒドラジン系化合物による架橋が導入された架橋アクリロニトリル系繊維の窒素含有量との差をいう。

#### 【0015】

ここに使用するヒドラジン系化合物としては、特に限定されるものでなく、水加ヒドラジン、硫酸ヒドラジン、塩酸ヒドラジン、臭素酸ヒドラジン、ヒドラジンカーボネート等、この他エチレンジアミン、硫酸グアニジン、塩酸グアニジン、リン酸グアニジン、メラミン等のアミノ基を複数含有する化合物が例示される。

#### 【0016】

かかるヒドラジン系化合物による架橋導入処理工程を経た繊維は、該処理で残留したヒドラジン系化合物を十分に除去した後、酸処理を施しても良い。ここに使用する酸としては、硝酸、硫酸、塩酸等の鉱酸や、有機酸等が挙げられるが特に限定されない。該酸処理の条件としては、特に限定されないが、大概酸濃度3～20重量%、好ましくは7～15重量%の水溶液に、温度 $50 \sim 120^{\circ}\text{C}$ で0.5～10時間被処理繊維を浸漬するといった例が挙げられる。

#### 【0017】

ヒドラジン系化合物による架橋導入処理工程を経た繊維、或いはさらに酸処理を経た繊維は、続いてアルカリ性金属塩水溶液により加水分解される。この処理により、アクリロニトリル系繊維のヒドラジン系化合物処理による架橋導入処理に關与せずに残留しているCN基、又は架橋処理工程後酸処理を施した場合には残留しているCN基と一部酸処理で加水分解されて生成しているCONH<sub>2</sub>基の加水分解が進められる。これらの官能基は加水分解によりカルボキシル基を形成するが、使用している薬剤がアルカリ性金属塩であるので、対イオンは金属イオンとなる。ここで使用するアルカリ性金属塩としては、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、アルカリ金属炭酸塩等が挙げられ、金属種としては、Li, Na, K等のアルカリ金属、Mg, Ca, Ba等のアルカリ土類金属を挙げることが出来る。

#### 【0018】

アルカリ性金属塩処理の条件は特に限定されないが、好ましくは0.5～10重量%、さらに好ましくは1～5重量%の水溶液中、温度50～120℃で1～10時間処理する手段が工業的、繊維物性的にも好ましい。また、加水分解を進める程度即ちカルボキシル基の生成量は1～10mmol/g、好ましくは3～10mmol/g、より好ましくは3～8mmol/gで好結果が得られやすく、これは上述した処理の際の薬剤の濃度や温度、処理時間の組合せで容易に調整することができる。カルボキシル基の量が1mmol/g未満の場合には、十分な吸湿性が得られないことがあり、また10mmol/gを超える場合には、実用上満足し得る繊維物性が得られないことがある。尚、かかる加水分解工程を経た繊維は、CN基が残留していてもいなくてもよい。CN基が残留していれば、その反応性を利用して、さらなる機能を付与する可能性がある。

#### 【0019】

加水分解を施された繊維は、必要に応じ金属塩を用いてカルボキシル基の対イオンを調整する処理を行っても良い。かかる対イオン調整処理に採用される金属塩の金属種としては、Li、Na、K、Ca、Mg、Ba、Alから選ばれるが、Na、K、Ca、Mg等が特に推奨される。また、該処理に用いる塩の種類としては、これらの金属の水溶性塩であれば良く、例えば水酸化物、ハロゲン化物、硝酸塩、硫酸塩、炭酸塩等が挙げられる。具体的には、夫々の金属で代表的なものとして、Na塩としてはNaOH、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、K塩としてはKOH、Ca塩としてはCa(OH)<sub>2</sub>、Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、CaCl<sub>2</sub>が好適である。

#### 【0020】

なお、本発明に採用されるヒドラジン系化合物による架橋導入処理およびアルカリ金属塩による加水分解処理を施してなるアクリル酸系吸放湿性繊維としては、本発明のアミノ酸含有物質結合繊維および繊維構造物の性能を阻害しない限り、上述した架橋導入処理、酸処理、加水分解処理、対イオン調整処理以外の処理を施したものであってもかまわない。

#### 【0021】

本発明のアミノ酸含有物質としては、アミノ酸、ポリペプチドまたは蛋白質などが例示されるが、酸性基含有繊維とイオン結合するものならば天然物由来であっても、化学合成されたものであっても、本質的にはかまわない。しかしながら人体への安全性、経済性の面から、天然物由来のものが好ましく、例えば、絹蛋白質であるフィブロイン、セリシン、乳蛋白質であるカゼイン、皮膚や骨の組織蛋白質であるコラーゲン、その熱変性物であるゼラチン、あるいは、グリシン、アラニン、バリン、ロイシン、イソロイシン、メチオニン、プロリン、フェニルアラニン、トリプトファン、セリン、トレニオン、アスパラギン、グルタミン、チロシン、システイン、リジン、アルギニン、ヒスチジン、アスパラギン酸、グルタミン酸などを使用することができる。

#### 【0022】

また、アミノ酸含有物質が、上記化2で示される構造を有している場合には、「R」中のアミノ基と酸性基含有繊維の酸性基との間で効率的にイオン結合を形成できるため、好ましい。このようなアミノ酸含有物質としては、例えば、リジン、アルギニン、ヒスチジン等の塩基性アミノ酸や、これらのアミノ酸を一成分とする蛋白質等を挙げることができる。



。中でも、リジン、アルギニン等のアミノ酸やカゼイン、ケラチン、コラーゲン等の蛋白質等の「R」中に1級アミノ基を含有する構造を有するものが特に好ましい。

#### 【0023】

また、「R」中のアミノ基としては、遊離状態のアミノ基であってもよく、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸等の無機酸塩、クエン酸塩、コハク酸塩、p-トルエンスルホン酸塩、メタンスルホン酸塩などの有機酸塩の形であってもよい。

#### 【0024】

酸性基含有繊維に結合されるアミノ酸含有物質の量は、要求性能や用途、繊維組織に応じて広い範囲から適宜選択できるが、通常、酸性基含有繊維に対して0.1～30重量%であることが好ましく、より好ましくは酸性基含有繊維に対して2.0～25重量%である。結合されるアミノ酸含有物質の量が30重量%を超えるとコスト高になるうえに効果にも差が見られなくなる。また、結合されるアミノ酸含有物質が0.1重量%に満たない場合には角質層の水分保持機能を補い正常な皮膚を保つ効果を有しなくなることがあるため好ましくない。

#### 【0025】

本発明のアミノ酸含有物質結合繊維の製造方法としては、酸性基含有繊維にアミノ酸含有物質溶液を噴霧、浸漬あるいは塗布する等して、含浸処理し、乾燥する方法が例示される。この場合、アミノ酸含有物質溶液の濃度としては、特に制限はなく、必要量のアミノ酸含有物質がイオン結合されるよう適宜設定すればよいが、通常、0.5～5.0重量%が好ましい。また、含浸処理温度は10～80℃、好ましくは10～50℃、より好ましくは20～35℃であり、乾燥温度は40～100℃、好ましくは40～80℃、より好ましくは50～70℃である。一般にアミノ酸含有物質は熱により変質しやすいので、含浸処理や乾燥を高温下で行うことは好ましくない。

#### 【0026】

本発明の繊維構造物は、本発明のアミノ酸含有物質結合繊維を含有することを特徴とし、スキンケア特性に優れ、良好な風合を有するものである。特に、該繊維構造物が20℃x65%RH条件で5%重量以上、好ましくは8%重量以上の飽和吸湿率を有する場合には、より優れたスキンケア特性を発揮することができる。

#### 【0027】

かかる構造物は、上述してきたアミノ酸含有物質結合繊維単独で構成することができるのはもちろんであるが、他の素材と併用することでも形成することが出来る。本発明の繊維構造物の外観形態としては、糸、ヤーン（ラップヤーンも含む）、フィラメント、織物、編物、不織布、紙状物、シート状物、積層体、綿状体（球状や塊状のものを含む）等があり、さらにはそれらに外被を設けたものもある。該構造物内におけるアミノ酸含有物質結合繊維の含有形態としては、他素材との混合により、実質的に均一に分布したもの、複数の層を有する構造の場合には、いずれかの層（単数でも複数でも良い）に集中して存在せしめたものや、夫々の層に特定比率で分布せしめたもの等がある。

#### 【0028】

従って本発明の繊維構造物は、上記に例示した外観形態及び含有形態の組合せとして、無数のものが存在する。いかなる構造物とするかは、最終製品の使用態様（例えばシーズン性、運動性や內衣か中衣か外衣か、カーテンやカーペット、寝具やクッション、インソール等としての利用の仕方など）、要求される機能、かかる機能を発現することへのアミノ酸含有物質結合繊維の寄与の仕方等を勘案して適宜決定される。

#### 【0029】

本発明の繊維構造物において併用しうる他素材としては特に制限はなく、公用されている天然繊維、有機繊維、半合成繊維、合成繊維が用いられ、さらには無機繊維、ガラス繊維等も用途によっては採用し得る。具体的な例としては、綿、麻、絹、羊毛、ナイロン、レーヨン、ポリエステル、アクリル繊維などを挙げることができる。

#### 【0030】

通常他の繊維との混紡によって構造物とする場合、アミノ酸含有物質結合繊維の使用量は



好ましくは3重量%以上100重量%未満、より好ましくは5重量%～50重量%である。使用形態は、肌着では他の繊維と混紡して紡績糸として織編地の形の繊維構造物として用いるのが好ましい。スポーツ衣料等では、本発明のアミノ酸含有物質結合繊維単独又は他の繊維と混用してウェットシートとなし、該シートを他の繊維シート又は織編物と積層して用いることが好ましい。

#### 【0031】

本発明の繊維構造物は、上述のごとくして作成された本発明のアミノ酸含有物質結合繊維を用い、場合によっては他の素材と混紡して製造することができるほか、酸性基含有繊維を含有してなる繊維基材に対してアミノ酸含有物質溶液を噴霧、浸漬あるいは塗布する等して、含浸処理する方法によっても製造することができる。

#### 【0032】

後者の方法においても含浸処理条件としては、特に制限はなく、上述した条件を採用できる。すなわち、アミノ酸含有物質溶液の濃度としては、必要量のアミノ酸含有物質がイオン結合されるよう適宜設定すればよいが、通常、0.5～5.0重量%が好ましい。また、含浸処理温度は10～80℃、好ましくは10～50℃、より好ましくは20～35℃であり、乾燥温度は40～100℃、好ましくは40～80℃、より好ましくは50～70℃である。一般にアミノ酸含有物質は熱により変質しやすいので、含浸処理や乾燥を高温下で行うことは好ましくない。

#### 【0033】

上述してきた本発明のアミノ酸含有物質結合繊維は、酸性基含有繊維の酸性基にアミノ酸含有物質がイオン結合していることが大きな特徴である。この特徴のため、本発明のアミノ酸含有物質結合繊維が皮膚の水分と接触したときに、アミノ酸含有物質がわずかに溶け出し、良好なスキンケア特性を発現するものと考えられる。また、酸性基含有繊維として、アクリル酸系吸放湿性繊維を使用した場合には、アミノ酸含有物質の有するスキンケア特性とアクリル酸系吸放湿性繊維の有する吸湿発熱性、放湿性、抗菌性などが相乗的に作用して、さらに優れたスキンケア特性を発現するものと考えられる。

#### 【実施例】

#### 【0034】

以下実施例により本発明を具体的に説明するが、これらはあくまでも例示的なものであり、本発明の要旨はこれらにより限定されるものではない。なお、実施例中の部及び百分率は、断りのない限り重量基準で示す。実施例中の評価条件・方法及び酸性基含有繊維作成方法は以下のとおりである。

#### 【0035】

(1) 酸性基量 (カルボキシル基量) (mmol/g)

十分乾燥した酸性基含有繊維約1gを精秤し(Xg)、これに200mlの水を加えた後、50℃に加温しながら1mol/l塩酸水溶液を添加してpH2にし、次いで0.1mol/l苛性ソーダ水溶液で常法に従って滴定曲線を求めた。該滴定曲線から酸性基に消費された苛性ソーダ水溶液消費量(Yml)を求め、次式によってカルボキシル基(mmol/g)を算出した。

$$(\text{カルボキシル基量}) = 0.1 Y / X$$

#### 【0036】

(2) 飽和吸湿率 (重量%)

酸性基含有繊維又は繊維構造物約5.0gを熱風乾燥機で105℃、16時間乾燥して重量を測定する(W1g)。次に該試料を温度20℃で65%RHの恒湿槽に24時間入れておく。このようにして吸湿した試料の重量を測定する(W2g)。以上の測定結果から、次式によって算出した。

$$(\text{飽和吸湿率 重量\%}) = \{(W2 - W1) / W1\} \times 100$$

#### 【0037】

(3) 試料風合い

繊維試料を、常法に従って紡績して綿番手40/1の紡績糸を作成し、該紡績糸を16ゲ

ージ2プライでゴム編みして、目付が約 $200\text{ g/m}^2$ の編み地に編成した後、該編地を掴んだ感触により、以下の方法で評価した。

◎

：極めてソフトな風合いである。

○：ソフトな風合いである。

△：ややソフトな風合いである。

×：ソフト感がなく硬い風合いである。

#### 【0038】

(4) 皮膚に対する効果

上記(3)と同様にして作成した編地を乾燥肌の被験者5名の肘部に貼り付け、貼り付け7日後の肘部の皮膚状態を次の5段階で評価し、平均値を算出した。

+2：特にしっとりしている

+1：しっとりしている

0：普通

-1：肌荒れがある

-2：特に肌荒れが強い

#### 【0039】

(5) アミノ酸含有率

繊維試料約 $0.5\text{ g}$ を精秤し、2-メルカプトエタノールを $0.04\%$ 含有する $20\%$ 塩酸中、定温乾燥機で $110^\circ\text{C}$ 、24時間加水分解処理した。水を加えて $100\text{ ml}$ とした後、クエン酸ナトリウム緩衝液( $\text{pH } 2.2$ )で $100$ 倍に希釈し、繊維を濾過して試験溶液を得た。該溶液をアミノ酸自動分析計(日本電子株式会社製JLC-500/V)で測定し、絶対検量線法によってアミノ酸を定量した。

#### 【0040】

(6) 酸性基含有繊維作成方法

「アクリル酸系吸放湿性繊維A」

AN90重量%、酢酸ビニル10重量%からなるAN系重合体( $30^\circ\text{C}$ ジメチルホルムアミド中での極限粘度 $[\eta]: 1.2$ )10部を48%のロダンソーダ水溶液90部に溶解した紡糸原液を、常法に従って紡糸、延伸(全延伸倍率:10倍)した後、乾球/湿球= $120^\circ\text{C}/60^\circ\text{C}$ の雰囲気下で乾燥、湿熱処理して単繊維繊度 $0.9\text{ d t e x}$ の原料繊維aを得た。

#### 【0041】

原料繊維aに、水加ヒドラジンの20重量%水溶液中で、 $98^\circ\text{C} \times 5\text{ Hr}$ 架橋導入処理を行い、水洗した。次に、硝酸の3重量%水溶液中、 $90^\circ\text{C} \times 2\text{ Hr}$ 酸処理を行った。続いて苛性ソーダの1重量%水溶液中で、 $90^\circ\text{C} \times 2\text{ Hr}$ 加水分解処理を行い、純水で洗浄した。該繊維は酸性基を $1.2\text{ mmol/g}$ 有していた。以上の工程を経た繊維を、油剤付与、脱水、乾燥し、アクリル酸系吸放湿性繊維Aを得た。

#### 【0042】

「アクリル酸系吸放湿性繊維B」

原料繊維aの加水分解処理における苛性ソーダの濃度を3重量%とした以外は、アクリル酸系吸放湿性繊維Aと同様の方法により、アクリル酸系吸放湿性繊維Bを得た。該繊維は酸性基を、 $6.1\text{ mmol/g}$ 有していた。

#### 【0043】

「アクリル酸系吸放湿性繊維C」

原料繊維aの加水分解処理における苛性ソーダの濃度を10重量%、とした以外は、アクリル酸系吸放湿性繊維Aと同様の方法により、アクリル酸系吸放湿性繊維Cを得た。該繊維は酸性基を、 $8.8\text{ mmol/g}$ 有していた。

#### 【0044】

「イタコン酸含有アクリル繊維」

上述の原料繊維aの作成方法において、AN94重量%、イタコン酸6重量%からなるA

N系重合体 (30℃ジメチルホルムアミド中での極限粘度 $[\eta]$ : 1.2) を使用すること以外は同様にして、イタコン酸含有アクリル繊維を得た。該繊維は酸性基を、0.9 mmol/g有していた。

【0045】

実施例 1

メタノール 7/水 93 の比率の溶液にアルギニン塩酸塩 (東京化成工業社製) 1.0 重量% を溶解し、アルギニン溶液を作成した。東洋紡績 (株) 製ランシール F を該溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 1 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0046】

実施例 2

アルギニン塩酸塩 (東京化成工業社製) 1.0 重量% を水に溶解し、アルギニン水溶液を作成した。前記アクリル酸系吸放湿性繊維 A を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 2 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0047】

実施例 3

アルギニン塩酸塩 (東京化成工業社製) 3.0 重量% を水に溶解し、アルギニン水溶液を作成した。前記アクリル酸系吸放湿性繊維 B を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 3 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0048】

実施例 4

アルギニン塩酸塩 (東京化成工業社製) 5.0 重量% を水に溶解し、アルギニン水溶液を作成した。前記アクリル酸系吸放湿性繊維 C を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 4 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0049】

実施例 5

ヒスチジン塩酸塩 (東京化成工業社製) 3.0 重量% を水に溶解し、ヒスチジン水溶液を作成した。前記アクリル酸系吸放湿性繊維 B を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 5 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0050】

実施例 6

リジン塩酸塩 (東京化成工業社製) 3.0 重量% を水に溶解し、リジン水溶液を作成した。前記アクリル酸系吸放湿性繊維 B を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 6 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0051】

実施例 7

セリシン A-30F (株式会社シンコーシルク社製) を塩酸塩の形に変え 5.0 重量% を水に溶解し、セリシン水溶液を作成した。アクリル酸系吸放湿性繊維 B を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃ で 30 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、70℃ の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 7 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。なお、セリシン含有率はセリシン付与前後の繊維重量の差から算出した。

【0052】

実施例 8

アルギニン塩酸塩 (東京化成工業社製) 1.0 重量% を水に溶解し、アルギニン水溶液を作



成した。前記イタコン酸含有アクリル繊維を該水溶液に浴比 1 / 2 0、温度 2 5℃で 3 0 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、7 0℃の熱風乾燥機で乾燥し、実施例 8 のアミノ酸含有物質結合繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0 0 5 3】

比較例 1

アルギニン(東京化成工業社製) 5 . 0 重量%を水に溶解し、アルギニン水溶液を作成した。東洋紡績株式会社製ポリエステル繊維 2 T 3 8 を該水溶液に浴比 1 / 2 0、温度 2 5℃で 3 0 分間浸漬した後、流水で 5 分間洗浄し、7 0℃の熱風乾燥機で乾燥し、比較例 1 の繊維を得た。得られた繊維の評価結果を、表 1 に示した。

【0 0 5 4】

比較例 2

カチオン系アクリルバインダー・ライトエポック B X - 7 1 (共栄社化学株式会社製) 3 . 0 重量%及びシリカ分散剤・C L C - 1 1 0 (共栄社化学株式会社製) 3 . 0 重量%を水に溶解し、バインダー分散液を作成した。ポリエステル繊維を該分散液に浴比 1 / 1 0、温度 4 0℃で 3 0 分間浸漬した後、遠心脱水を行い、続いて、比較例 1 と同様にしてアルギニンを付与した。得られた繊維の評価結果を表 1 に示した。

【0 0 5 5】

【表 1】

	酸性基含有繊維	酸性基		アミノ酸含有物質		付与方法	評価結果		
		カルボキシル基量 (mmol/g)	種類	含有率 (%)	酸性基含有繊維の飽和吸湿度 (%)		風合い	皮膚に対する効果	
実施例 1	ランシール	2.0	アルギニン	8	イオン結合	4	△	+1.0	
実施例 2	アクリル系 吸放湿性繊維A	1.2	アルギニン	4	イオン結合	5	○	+0.8	
実施例 3	アクリル系 吸放湿性繊維B	6.1	アルギニン	25	イオン結合	30	◎	+1.6	
実施例 4	アクリル系 吸放湿性繊維C	8.8	アルギニン	37	イオン結合	45	◎	+1.6	
実施例 5	アクリル系 吸放湿性繊維B	6.1	ヒスチジン	6	イオン結合	26	◎	+0.6	
実施例 6	アクリル系 吸放湿性繊維B	6.1	リジン	13	イオン結合	28	◎	+1.2	
実施例 7	アクリル系 吸放湿性繊維B	6.1	セリン	4	イオン結合	24	○	+0.8	
実施例 8	イタコン酸含有 アクリル繊維	0.9	アルギニン	3	イオン結合	3	△	+0.6	
比較例 1	ポリエステル	なし	アルギニン	検出限界 以下	含浸のみ	検出限界 以下	×	-0.8	
比較例 2	ポリエステル	なし	アルギニン	1	バインダー	検出限界 以下	○	-0.6	

## 【0056】

表 1 に示すとおり実施例 1 ～ 8 のアミノ酸含有物質結合繊維で編成した編地は、皮膚に対する効果が高く、風合も良好なものであった。特に実施例 3、4、6 ではアミノ酸含有物質の含有率が高く、優れた性能であった。このことは、酸性基含有繊維の酸性基量が多く、アミノ酸含有物質が 1 級アミノ基を有するものであることで、効率的にイオン結合が形成されたためと考えられる。

## 【0057】

これに対して、比較例 1 では酸性基を含有しないポリエステル繊維を使用しているため、アミノ酸含有物質が固着されず、ほとんど効果が得られなかった。また、比較例 2 ではアミノ酸含有物質は固着されるものの、バインダーを使用しているため、アミノ酸含有物質の徐放性に乏しく、皮膚に対する効果も本発明に対して劣るものであった。

## 【0058】

## 実施例 9

アクリル酸系吸放湿性繊維 B を 30 重量%、東洋紡績株式会社製ポリエステル繊維 2 T 3 を 70 重量%混綿し、常法に従って紡績して綿番手 40/1 の酸性基含有物質とポリエステル混紡品である紡績糸を作成した。該紡績糸を 16 ゲージ 2 プライでゴム編みして、目付が約 200 g/m<sup>2</sup> の編地を作成した。また、アルギニン塩酸塩(東京化成工業社製) 5.0 重量%を水に溶解し、アルギニン水溶液を作成した。該編地を該水溶液に浴比 1/20、温度 25℃で 30 分間浸漬した後、編地を流水で 5 分間洗浄し、70℃の熱風乾燥機で乾燥し、アミノ酸含有物質結合繊維からなる編地を得た。得られた編地は飽和吸湿率 9%、皮膚に対する効果は +1.0 であり、風合も良好なものであった。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 皮膚の角質層の水分保持機能を補い正常な皮膚を保つ効果を有する繊維および繊維構造物並びにそれらの製造方法を提供すること。

【解決手段】 酸性基含有繊維の酸性基にアミノ酸含有物質をイオン結合させることにより、繊維にアミノ酸含有物質が完全には固着されることなく、徐々に放出されるようにしたアミノ酸含有物質結合繊維。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 2 7 6 3 7 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 4 0 5 3 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 6 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市北区堂島浜 2 丁目 2 番 8 号

氏 名

日本エクスラン工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**